

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-146780

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)7月4日

C 30 B 1/02
// C 30 B 29/246542-4G
6542-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 単結晶の製造法

⑯ 特 願 昭59-268533

⑰ 出 願 昭59(1984)12月21日

⑱ 発 明 者 伊 佐 次 秀 敏 岐阜県可児郡御嵩町顔戸504
⑲ 出 願 人 日本碍子株式会社 名古屋市瑞穂区須田町2番56号
⑳ 代 理 人 弁理士 杉村 暁秀 外1名

明 細 書

1. 発明の名称 単結晶の製造法

2. 特許請求の範囲

1. 多結晶体と単結晶とを接触して加熱することにより、単結晶を多結晶体方向に結晶成長させて単結晶を得る方法において、

多結晶体と単結晶の接合面を鏡面研磨し、多結晶体と単結晶を接合し、接合した状態で多結晶体の不連続粒成長温度点の前後-50℃～+40℃の温度範囲内を平均昇温速度1℃/時～20℃/時で昇温加熱し、多結晶体を単結晶化することを特徴とする単結晶の製造法。

2. 前記昇温加熱に先立って接合体間に酸を介在させ、相対湿度70%以上の雰囲気中に2時間以上保持することを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の単結晶の製造法。

3. 前記平均昇温速度を3℃/時～12℃/時で行なうことを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の単結晶の製造法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、多結晶体の均一な単結晶化に関するもので、特にVTR等の磁気ヘッドに有用な単結晶フェライト等の製造法に関するものである。

(従来の技術)

従来、単結晶の製造法として、本出願人は特開昭55-162496号公報において固相反応法による単結晶製造法を開示した。この製造法では、種となる単結晶と多結晶体の接合面を鏡面研磨した後、塩酸、硝酸等の強酸を接合面に介在させて接合し、多結晶体の不連続粒成長温度未満の一定の温度で加熱して多結晶体を単結晶化していた。

第4図は典型的な熱処理スケジュールの例を示すグラフであり、 T_0 は多結晶体の不連続粒成長温度未満のある温度を示している。第4図に示すように、従来の熱処理スケジュールでは接合体を T_0 まで昇温後、 T_0 の温度に保持して加熱を行い多結晶体を単結晶化していた。

(発明が解決しようとする問題点)

上述した製造法においては、種単結晶を核として多結晶体方向に結晶成長させるために、その保持温度 T_0 を多結晶体の不連続結晶粒成長温度より2～5℃低い温度に設定して接合体をその温度に正確に保持する必要があった。しかしながら、実際の生産に使用する電気炉等の熱処理設備では、温度分布の良好なものでも2～5℃の温度分布のかたよりが存在しそれを防ぐことはできず、温度分布不均一のため接合体自体に温度分布不均一が生じ、接合体の一部が不連続成長温度未満であるにもかかわらず、他の部分が不連続成長温度を超えて異相の単結晶を生成し均一な単結晶を得ることができない欠点があった。

さらに、僅かな組成の変動および焼成条件の微妙な差によって、他結晶体の不連続粒成長温度が変動し、常に一定の保持温度で加熱するだけでは均一な単結晶を得ることができなかった。そのため、単結晶の収率が低いと共に大きな単結晶が得られない欠点があった。

第5図は上述した異相の単結晶の出現状態を示

す斜視図で、1は種単結晶、2は生成された単結晶、3は異相の単結晶を示している。

本発明の目的は上述した不具合を解消し、熱処理スケジュールを改良して異相の単結晶の出現を防止し、収率よく大きな単結晶を得ることができる単結晶の製造法を提供しようとするものである。(問題点を解決するための手段)

本発明の単結晶の製造法は、多結晶体と単結晶とを接触して加熱することにより、単結晶を多結晶体方向に結晶成長させて単結晶を得る方法において、

多結晶体と単結晶の接合面を鏡面研磨し、その鏡面研磨面間に好ましくは酸を介在させて多結晶体と単結晶を接合し、接合した状態で多結晶体の不連続粒成長温度点の前後-50℃～+40℃の温度範囲内を平均昇温速度1℃/時～20℃/時で昇温加熱し、多結晶体を単結晶化することの特徴とするものである。

(作 用)

本発明者等が加熱スケジュールを種々検討の結

果、上述した加熱時の温度分布の不均一および多結晶体の不連続粒成長温度の変動を除去し望ましい単結晶を得るためには、加熱時に単結晶と多結晶体よりなる接合体を接合した状態で、多結晶体の不連続粒成長温度点の前後-50℃～+40℃の温度範囲内を平均昇温速度1℃/時～20℃/時で昇温加熱する、即ち上記不連続粒成長温度の前後をゆるやかに昇温すると良いことを見出した。

(実施例)

以下、本発明を実施例に基づき詳細に説明する。

本発明の単結晶の製造方法は多結晶体であればどのような組成のものにでも適用できるが、実際に好適に使用されるものとしては以下のような組成があげられる。

- I フェライト MnO 20～40モル%
 ZnO 5～30モル%
 Fe₂O₃ 残(好ましくは48～60モル%)
- II フェライト NiO 15～40モル%
 ZnO 15～40モル%
 Fe₂O₃ 残(好ましくは45～55モル%)

III ガーネット; ガーネットには $3Y_2O_3 \cdot 5Fe_2O_3$ と $3Y_2O_3 \cdot 5Al_2O_3$ とがあり何れも本発明の方法で製造可能である。その配合割合は $Y_2O_3:Fe_2O_3=3:5$ 又は $Y_2O_3:Al_2O_3=3:5$ である。

IV スピネル; スピネルは $MgO:Al_2O_3$ の組成であり、配合割合は $MgO:Al_2O_3=1:1$ である。

まず、上述したような組成の多結晶体ブロックを準備し、その接合面をダイヤモンド砥粒で鏡面研磨する。一方、種として同一の大きさの接合面をもつ同一組成の単結晶を準備し、同様にその接合面を鏡面研磨する。その後、両接合面に塩酸、硝酸等の強酸を滴下し、単結晶と多結晶体を接合した。このとき、結晶成長しない多結晶体からなるダミー材を準備して、多結晶体に関して単結晶と対向する面に鏡面研磨後強酸を介して接合すると、単結晶化のためにより好適である。次に、接合体を接合した状態で、多結晶体の不連続粒成長温度点の前後-50℃～+40℃の温度範囲内を平均昇温速度1℃/時～20℃/時

で昇温加熱して、多結晶全体を単結晶化する。

このとき、昇温加熱に先立って接合体を相対湿度70%以上の雰囲気中に2時間以上保持すると好適である。また、単結晶化した後に小さな方位の異なる結晶である残留グレインを消滅するため、熱処理スケジュール完了後さらに不連続結晶成長温度以上の温度に保持すると好適である。

また、上述した例における不連続結晶成長温度は第1表に示す範囲にある。

第 1 表

	不連続結晶粒成長温度(℃)
I マンガン亜鉛フェライト	1340 ~ 1420
II ニッケル亜鉛フェライト	1250 ~ 1550
III ガーネット	1300 ~ 1450
IV スピネル	1700 ~ 1900

実施例 1

純度99.9%の炭酸マンガン焙焼して得られた酸化マンガんと、純度99.9%の酸化亜鉛および酸

化第二鉄を原料とし、その組成がMnO=32.0モル%、ZnO=16.0モル%、 Fe_2O_3 =52.0モル%、の調合物Aと、MnO=28.0モル%、ZnO=17.0モル%、 Fe_2O_3 =55.0モル%の調合物Bをそれぞれ成形し、平衡酸素分圧下で1320℃、4時間焼成してマンガン亜鉛フェライト多結晶AおよびBを得た。

これらのフェライト多結晶AおよびBと、そのフェライト多結晶とほぼ同一組成を有する高圧ブリッジマン法で製造されたフェライト単結晶AおよびBの各々から、10×30×5mmと10×30×0.5mmの板を切り出し、それぞれの接合面をダイヤモンド砥粒を用いて研磨した。その後、各接合面に6Nの塩酸を塗布し、多結晶フェライト板と単結晶フェライト板とを重ね合わせてフェライト接合体AおよびBを得た。

これらフェライト接合体AおよびBの各々から試料No.1~11の試料を準備し、後述するそれぞれ異なる加熱スケジュールにより加熱し、固相反応を生起させて本発明による単結晶を得た。

第1図~第3図は、上述した本発明における加

第 2 表

(単位: %)

試料 No.	昇温速度 a (℃/時)	フェライト A	フェライト B
1	1	80	80
2	2	83	85
3	4	87	95
4	8	94	90
5	12	90	87
6	15	85	85
7	20	80	80
8	50	60	55
9	100	30	20
10	—	83	84
11	—	92	88

第2表から明らかなように、本発明の範囲である試料No.1~No.7及びNo.10~No.11は異相の単結晶の出現率が低いのに対し、本発明の範囲外のNo.8およびNo.9は異相の単結晶の出現率が高いことがわかる。

熱スケジュールを示すグラフである。すなわち、第1図は試料No.1~9に対する加熱スケジュールを示し、図中P₁からP₂の昇温速度aを各々変化させている。第2図は試料No.10に対する加熱スケジュールを示し、図中P₁からP₂までは10℃/時、P₂からP₃までは5℃/時の昇温速度で加熱し、その平均昇温速度は6.2℃/時である。また、第3図は試料No.11に対する加熱スケジュールを示し、図中P₁~P₃まで計8時間の間昇温と保持を段階的に行って加熱し、その平均昇温速度は10℃/時である。なお、上述した実施例中マンガン亜鉛フェライト多結晶の不連続結晶粒成長温度は約1370℃であった。結果を各試料の完全に単結晶したものの出現率(%)で第2表に示す。

(発明の効果)

以上詳細に説明したところから明らかなように、本発明の単結晶の製造法によれば、多結晶全体が完全に単結晶化した単結晶を収率よく得ることができる。また、大きな単結晶を得ることができると共に多結晶体を単結晶化する収率を向上することができる。さらに、本発明方法により得られたフェライト単結晶はVTR磁気ヘッドとして好適に使用できる。

4 図面の簡単な説明

第1図～第3図は、各々本発明における加熱スケジュールを示すグラフ、

第4図は、従来の典型的な熱処理加熱スケジュールを示すグラフ、

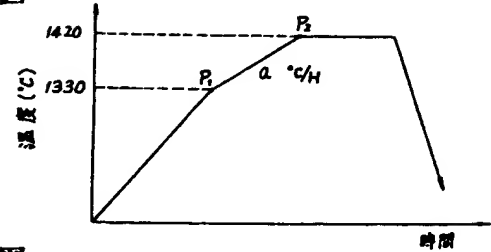
第5図は、異相の単結晶の出現状態を示す斜視図である。

1…種単結晶

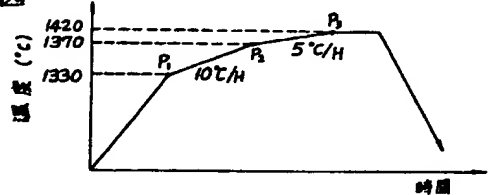
2…生成された単結晶

3…異相の単結晶

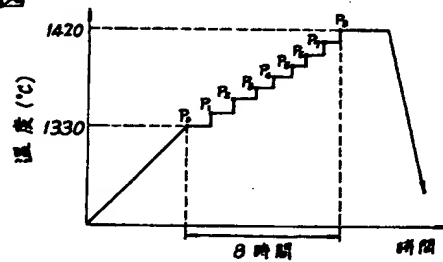
第1図



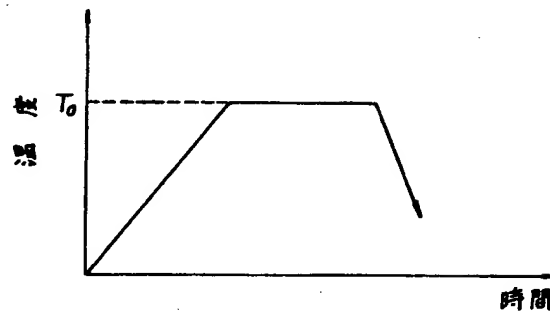
第2図



第3図



第4図



第5図

